NONMAGNETIC PARTICLE POWDER FOR NONMAGNETIC BASE LAYER OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM, ITS PRODUCTION AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

Patent number:

JP2000222721

Publication date:

2000-08-11

Inventor:

HAYASHI KAZUYUKI; IWASAKI KEISUKE; MORII

HIROKO

Applicant:

TODA KOGYO CORP

Classification:

- international:

(IPC1-7): G11B5/738; C01G49/06; G11B5/84

- european:

Application number: JP19990022336 19990129 Priority number(s): JP19990022336 19990129

Report a data error here

Abstract of JP2000222721

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an acicular hematite particle powder suitable for the nonmagnetic particle powder of a nonmagnetic base layer of a magnetic recording medium having excellent surface smoothness and suppressed deterioration in the magnetic characteristics due to corrosion of the acicular metal magnetic particle powder essentially comprising iron and dispersed in a magnetic recording layer. SOLUTION: The acicular hematite particle powder suitable as the nonmagnetic particle powder for a nonmagnetic base layer of a magnetic recording medium having excellent surface smoothness and suppressed deterioration in the magnetic characteristics, the powder consists of the following acicular hematite particles. The particles have <=1.50 geometric standard deviation of the major axial diameter, <=1.30 geometric standard deviation of the minor axial diameter, 40 to 180 m2/g BET specific surface area, >=8.0 pH of the powder, <=300 ppm soluble sodium salt content calculated as Na, <=150 ppm soluble sulfate content calculated as SO4, and 0.01 to 0.2 &mu m average major axial diameter.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(II)特許出願公開番号 特開2000-222721

(P2000-222721A)

(43)公開日 平成12年8月11日(2000.8.11)

(51) Int. CI. ⁷ 識別記号 F I デーマコート (参考)
G11B 5/738 G11B 5/704 U 4G002
C01G 49/06 C01G 49/06 A 5D006
G11B 5/84 G11B 5/84 A 5D112

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全19頁)

(21)出願番号 特願平11-22336

(22)出願日 平成11年1月29日(1999.1.29)

(71)出願人 000166443

戸田工業株式会社

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号

(72) 発明者 林 一之

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 岩崎 敬介

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 森井 弘子

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末及びその製造法並びに磁気記録媒体

(57)【要約】

【課題】 本発明は、表面平滑性がより優れており、且つ、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制された磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な針状へマタイト粒子粉末を提供する。

【解決手段】 表面平滑性が優れており、且つ、磁気特性の劣化が抑制された磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な針状へマタイト粒子粉末とは、長軸径の幾何標準偏差値が1.50以下であって短軸径の幾何標準偏差値が1.30以下であって、BET比表面積値が40~180m²/gであり、且つ、粉体pH値が8.0以上、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO、換算で150ppm以下である平均長軸径が0.01~0.2μmの針状へマタイト粒子粉末からなる。

【特許請求の範囲】

【 請求項1 】 長軸径の幾何標準偏差値が1.50以下であって短軸径の幾何標準偏差値が1.30以下であって、BET比表面積値が40~180m²/gであり、且つ、粉体pH値が8.0以上、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO、換算で150ppm以下である平均長軸径が0.01~0.2μmの針状へマタイト粒子粉末からなることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末。

【簡求項2】 簡求項1記載の針状へマタイト粒子粉末の粒子表面が、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる少なくとも一種からなる表面被覆物によって被覆されていることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末。

【請求項3】 針状ゲータイト粒子粉末を550~850℃の温度範囲で加熱脱水処理して針状へマタイト粒子粉末とするに当って、前記加熱脱水処理に先立ってあらかじめ、前記針状ゲータイト粒子粉末を100~20020の温度範囲で加熱処理して該針状ゲータイト粒子粉末に含まれているゲータイト超微粒子を針状ゲータイト粒子に吸収させておき、550~850℃の温度範囲で加熱脱水して針状へマタイト粒子粉末を得、該針状へマタイト粒子粉末を含有する水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加してpH値を13以上に調製し、次いで、80~103℃の温度範囲で加熱処理した後、濾過、水洗、乾燥することを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末の製造法。

【請求項4】 非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成 30 される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成される鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる磁気記録層からなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が請求項1又は請求項2記載の非磁性下地層用非磁性粒子粉末であることを特徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、表面平滑性がより優れており、且つ、磁気記録層中に分散されている鉄を主成 40分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制された磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な針状へマタイト粒子粉末を提供する。

[0002]

【従来の技術】近年、ビデオ用、オーディオ用磁気記録 再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれ て、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に対す る高性能化、即ち、高密度記録化、高出力特性、殊に周 波数特性の向上、低ノイズ化の要求が益々強まってい る。

【0003】磁気記録媒体の上記睹特性を向上させるために、磁性層に用いる磁性粒子粉末の高性能化及び磁気記録層の薄層化の両面から種々の試みがなされている。 【0004】まず、磁性粒子粉末の高性能化についていえば、上記睹特性を満たすような磁性粒子粉末としては、高い保磁力値と大きな飽和磁化値を有することが必要である。

【0005】高い保磁力値と大きな飽和磁化値を有する 10 磁性粒子粉末として、近年、鉄を主成分とする針状金属 磁性粒子粉末が広く使用されている。

【0006】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末は、高い保磁力値と大きな飽和磁化値とを有するものであるが、磁気記録媒体用の粒子粉末は 1μ m以下、殊に、 $0.01\sim0.3\mu$ m程度の非常に微細な粒子であるため、腐蝕しやすく、磁気特性が劣化し、殊に保磁力値と飽和磁化値の減少を引き起こすという欠点がある。【0007】従って、磁性粒子粉末として鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の特性を長期にわたって維持するためには、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕を極力抑制すること

【0008】次に、磁気記録層の薄層化について述べる。

が強く要求される。

50

【0009】近時におけるビデオテープの高画像高画質化に対する要求は益々強まっており、従来のビデオテープに比べ、記録されるキャリアー信号の周波数が短波長領域に移行しており、その結果、磁気テープの表面からの磁化深度が著しく浅くなっている。

【0011】磁気記録層の薄層化が進む中で、磁気記録層の平滑化と厚みむらの問題が生じている。周知の通り、磁気記録層を平滑で厚みむらがないものとするためには、ベースフィルムの表面もまた平滑でなければならない。この事実は、例えば、工学情報センター出版部発行「磁気テープーヘッド走行系の摩擦摩耗発生要因とトラブル対策一総合技術資料集(一以下、総合技術資料集というー)」(昭和62年)第180及び181頁の「・・・・硬化後の磁性層表面粗さは、ベースの表面粗さ(バック面粗さ)に強く依存し両者はほぼ比例関係にあり、・・・・磁性層はベースの上に塗布されているからベー

スの表面を平滑にすればするほど均一で大きなヘッド出 力が得られS/Nが向上する。····」なる記載の通りで

【0012】そこで、ペースフィルム等の非磁性支持体 上に針状へマタイト粒子粉末等の非磁性粒子粉末を結合 剤樹脂中に分散させてなる下地層(以下、「非磁性下地 **層」という。)を少なくとも一層設けることにより、磁** 気記録層を形成するための基体の表面性等を改善するこ とが提案され、実用化されている(特公平6-9329 7号公報、特開昭62-159338号公報、特開昭6 10 3-187418号公報、特開平4-167225号公 報、特開平4-325915公報、特開平5-7388 2号公報、特開平5-182177号公報、特開平9-170003号公報等)。

【0013】非磁性下地層の表面平滑性の改善は強く求 められており、これまで長軸径の粒度に注目して、非磁 性粒子粉末である針状へマタイト粒子粉末の分散性を向 上させることが試みられてきた。

【0014】更に、非磁性下地層の表面を平滑にし、且 つ、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする針 20 状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化を抑制 するするために、非磁性下地層に含有されている非磁性 粒子粉末を改善することが望まれており、針状へマタイ ト粒子粉末中に含有され、鉄を主成分とする針状金属磁 性粒子粉末の腐蝕及び針状へマタイト粒子間の凝集の原 因となる可溶性塩を低減することが試みられている(特 開平9-170003号公報、特開平10-19894 8号公報、特開平10-273325号公報等)。

【0015】更に、下地層の表面をより平滑にするため に、針状へマタイト粒子粉末の分散性を改善することが 30 望まれており、本出願人は、非磁性下地層用非磁性粒子 粉末としての針状へマタイト粒子粉末中のヘマタイト超 微粒子を除去し、更に、針状へマタイト粒子粉末中に含 有されている可溶性塩を低減させた針状へマタイト粒子 粉末に係る発明を出願している(特願平9-36936 4号)。

[0016]

【発明が解決しようとする課題】表面平滑性がより優れ ており、且つ、磁気記録層中に分散されている鉄を主成 分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の 40 劣化が抑制された磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性 粒子粉末として好適な針状へマタイト粒子粉末は、現在 最も要求されているところであるが、未だ得られていな

【0017】即ち、針状へマタイト粒子粉末の長軸径の 粒度を改善するために、針状ゲータイト粒子粉末又は該 針状ゲータイト粒子粉末を250~400℃の温度範囲 で加熱脱水して得られた針状へマタイト粒子粉末を55 0℃以上の温度で加熱して高密度化された針状へマタイ ト粒子粉末を得る方法では、後出比較例に示す通り、短 50 を550~850℃の温度範囲で加熱脱水処理して針状

軸径の幾何標準偏差値が高く、短軸径の粒度が十分に均 斉であるとは言い難いものである。

【0018】また、前出特開平9-170003号公報 には、針状へマタイト粒子粉末をアルカリ水溶液中で加 熱処理し、針状ヘマタイト粒子粉末に含有されている可 溶性塩を低減させた針状へマタイト粒子粉末が記載され ているが、磁気記録媒体の耐腐蝕性は改善され、可溶性 塩を低減させることによって粒子相互間の凝集を解きほ ぐすことができるが、短軸径の幾何標準偏差値が高く、 短軸径の粒度が十分に均斉であるとは言い難いものであ

【0019】また、前出特願平9-369364号は、 針状へマタイト粒子粉末を酸溶解することにより、針状 ヘマタイト粒子粉末中に存在する針状へマタイト微粒子 成分を溶解し、粒子径の粒度分布を改善したものであ り、更に、アルカリ水溶液中で加熱処理し、針状へマタ イト粒子粉末に含有されている可溶性塩を低減させたも のであるが、後出比較例に示す通り、磁気記録媒体の耐 腐蝕性は改善されているが、短軸径の幾何標準偏差値が 高く、短軸径の粒度が十分に均斉であるとは言い難いも のである。

【0020】そこで、本発明は、表面平滑性により優れ た磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として 好適な、均斉な粒度を有する、殊に短軸径の粒度が均斉 であって、凝集が解きほぐされ個々に独立した粒子であ り、且つ、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分と する針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化 を抑制することが可能な針状へマタイト粒子粉末を得る ことを技術的課題とする。

[0021]

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通 りの本発明によって達成できる。

【0022】即ち、本発明は、長軸径の幾何標準偏差値 が1.50以下であって短軸径の幾何標準偏差値が1. 30以下であって、BET比表面積値が40~180m ² / gであり、且つ、粉体 p H 値が 8. 0以上、可溶性 ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、 可溶性硫酸塩の含有量がSO4換算で150ppm以下 である平均長軸径が 0.01~0.2μmの針状へマタ イト粒子粉末からなることを特徴とする磁気記録媒体の 非磁性下地層用非磁性粒子粉末である(本発明1)。

【0023】また本発明は、本発明1における針状へマ タイト粒子粉末の粒子表面が、アルミニウムの水酸化 物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ 素の酸化物から選ばれる少なくとも一種からなる表面被 覆物によって被覆されていることを特徴とする磁気記録 媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末である(本発明 2) .

【0024】また、本発明は、針状ゲータイト粒子粉末

ヘマタイト粒子粉末とするに当って、前記加熱脱水処理 に先立ってあらかじめ、前記針状ゲータイト粒子粉末を 100~200℃の温度範囲で加熱処理して該針状ゲー タイト粒子粉末に含まれているゲータイト超微粒子を針 状ゲータイト粒子に吸収させておき、550~850℃ の温度範囲で加熱脱水して針状へマタイト粒子粉末を 得、該針状へマタイト粒子粉末を含有する水性懸濁液に アルカリ水溶液を添加してpH値を13以上に調製し、 次いで、80~103℃の温度範囲で加熱処理した後、 濾過、水洗、乾燥することを特徴とする上記の磁気記録 10 媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末の製造法である。

【0025】また、本発明は、非磁性支持体、該非磁性 支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とか らなる非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成され る鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂 とからなる磁気記録層からなる磁気記録媒体において、 前記非磁性粒子粉末が上記本発明1及び本発明2に係る 各非磁性下地層用非磁性粒子粉末であることを特徴とす る磁気記録媒体である。

【0026】次に、本発明の構成をより詳しく説明すれ 20 ば次の通りである。

【0027】まず、本発明に係る針状へマタイト粒子粉 末について述べる。

【0028】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末は、 長軸径の幾何標準偏差値が1.50以下、短軸径の幾何 標準偏差値が1.30以下であって、BET比表面積値 が40~180m²/gであり、且つ、粉体pH値が 8. 0以上、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で 300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算 で150ppm以下、平均長軸径が0.01~0.2 μ 30 mである。

【0029】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の粒 子形状は、針状である。ここで「針状」とは、文字どお りの針状はもちろん、紡錘状や米粒状などを含む意味で ある。

【0030】長軸径の幾何標準偏差値が1.50を超え る場合、又は短軸径の幾何標準偏差値が1.30を超え る場合には、存在する粗大粒子が塗膜の表面平滑性に悪 影響を与えるために好ましくない。塗膜の表面平滑性を 考慮すれば、長軸径の幾何標準偏差値は、好ましくは 1. 40以下、より好ましくは1. 35以下である。ま た、短軸径の幾何標準偏差値は、好ましくは1.28以 下、より好ましくは1.25以下である。工業的な生産 性を考慮すれば、得られる針状へマタイト粒子粉末の長 軸径及び短軸径の幾何標準偏差値の下限値は、1.01 である。

【0031】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の平 均長軸径が 0.01 μm未満の場合には、粒子の微粒子 化による分子間力の増大により、ビヒクル中における分 には、粒子サイズが大きすぎるため、塗膜の表面平滑性 を害するので好ましくない。ピヒクル中における分散性 及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば平均長軸径は0.0 $2\sim0$. 1μ mが好ましい。

【0032】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の平 均短軸径は0.005~0.1 μmが好ましい。

【0033】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の平 均短軸径の下限値及び上限値を定めた理由は、上記平均 長軸径の場合と同様である。ビヒクル中における分散性 及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば平均短軸径は0.0 $1 \sim 0$. 05μ mがより好ましい。

【0034】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末は、 BET比表面積値が40~180m²/gである。BE 丁比表面積値の下限値及び上限値を定めた理由は、上記 平均長軸径の上限値及び下限値と同様である。ビヒクル 中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば、 BET比表面積値は45~160m²/gが好ましく、 より好ましくは50~150m²/gである。

【0035】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の粉 体pH値は8. 0以上である。粉体pH値が8. 0未満 の場合には、非磁性下地層の上に形成されている磁気記 録層中に含まれる鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉 末を徐々に腐蝕させ、磁気特性の劣化を引き起こす。鉄 を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を 考慮すると、粉体pH値は8.5~11が好ましく、よ り好ましくは9.0~10.5である。

【0036】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の可 溶性ナトリウム塩の含有量はNa換算で300ppm以 下である。300ppmを超える場合には、非磁性下地 層の上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主 体とする針状金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気 特性の劣化を引き起こす。また、ビヒクル中における針 状へマタイト粒子粉末の分散性が害されやすくなった り、磁気記録媒体の保存状態、特に湿度の高い環境下に おいては白華現象を生じる場合がある。鉄を主成分とす る針状金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、 好ましくは250ppm以下、より好ましくは200p pm以下、更により好ましくは150ppm以下であ る。工業的な生産性を考慮すれば、その下限値は0.0 1 p p m である。

【0037】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の可 溶性硫酸塩の含有量はSO4換算で150ppm以下で ある。150ppmを超える場合には、非磁性下地層の 上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主体と する針状金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気特性 の劣化を引き起こす。また、ビヒクル中における針状へ マタイト粒子粉末の分散性が害されやすくなったり、磁 気記録媒体の保存状態、特に湿度の高い環境下において は白華現象を生じる場合がある。鉄を主成分とする針状 散が困難となる。平均長軸径が0.2μmを超える場合 50 金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、好まし

8

くは100ppm以下、より好ましくは70ppm以下、更により好ましくは50ppm以下である。工業的な生産性を考慮すれば、その下限値は0.01ppmである。

【0038】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末は、軸比(平均長軸径と平均短軸径の比一以下「軸比」という。)が2~20が好ましい。軸比が2未満の場合には、十分な強度を有する塗膜が得られ難い。軸比が20を超える場合には、ビヒクル中での粒子の絡み合いが多くなり、分散性が低下したり、粘度が増加したりするこ 10とがある。ビヒクル中における分散性及び得られた塗膜の強度を考慮すると、より好ましくは3~10である。【0039】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の密度化の程度は、0.5~2.5が好ましい。密度化の程度はBET法により測定した比表面積SBET值と電子顕微鏡写真に示されている粒子から計測された長軸径及

び短軸径から算出した表面積STEM値との比(S

вет / Sтем 値) で示した。

【0040】 S_{BET}/S_{TEM} 値が 0.5 未満の場合には、針状へマタイト粒子粉末の高密度化が達成されて 20 はいるが、粒子及び粒子相互間の焼結により、粒子径が増大しており、十分な表面平滑性を有する塗膜が得られない。 S_{BET}/S_{TEM} 値が 2.5 を超える場合には、高密度化が十分ではなく、粒子内部及び粒子表面に多数の脱水孔が存在するため、ピヒクル中における分散が不十分となる。ピヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すると S_{BET}/S_{TEM} 値は 0.7 ~ 2.0 が好ましく、より好ましくは 0.8 ~ 1.6 である。

【0041】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末は、必要により、粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる少なくとも1種からなる表面被覆物によって被覆されていてもよい。粒子表面が表面被覆物で被覆されている針状へマタイト粒子粉末は、ビヒクル中に分散させた場合に、結合剤樹脂とのなじみがよく、容易に所望の分散度が得られ易い。

【0042】前記被覆物の量は、針状へマタイト粒子粉末に対しアルミニウムの水酸化物やアルミニウムの酸化物はA1換算で、ケイ素の水酸化物やケイ素の酸化物は 40 SiO2換算で、それぞれ0.01~50重量%が好ましい。0.01重量%未満である場合には、被覆による分散性向上効果がほとんどなく、50重量%を超える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に被覆する意味がない。ビヒクル中における分散性向上効果及び工業的な生産性を考慮すれば、0.05~20重量%がより好ましい。

【0043】アルミニウム化合物とケイ素化合物の両化合物で被覆されている場合には、針状へマタイト粒子粉末に対し、A1換算量とSiO2換算量との総和で0.

01~50重量%が好ましい。

【0044】本発明に係る表面被覆物で被覆されている 針状へマタイト粒子粉末は、表面被覆物で被覆されてい ない本発明に係る針状へマタイト粒子粉末とほぼ同程度 の粒子サイズ、幾何標準偏差値、BET比表面積値、軸 比及びS_{BET}/S_{TEM}値を有している。また、粉体 pH値、可溶性ナトリウム塩及び可溶性硫酸塩の含有量 についてもほぼ同程度である。

【0045】次に、本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の製造法について述べる。

【0046】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末は、第一鉄塩と水酸化アルカリ水溶液、炭酸アルカリ水溶液 又は水酸化アルカリと炭酸アルカリ水溶液との混合水溶液のいずれかの水溶液を用いて反応して得られる鉄含有沈殿物を含む懸濁液に空気等の酸素含有ガスを通気し、出発原料粒子粉末となる針状ゲータイト粒子粉末を生成させ、該ゲータイト粒子粉末を100~200℃の温度範囲で加熱処理した後、更に550~850℃の温度範囲で加熱脱水処理し、次いで、該針状へマタイト粒子粉末を含有する水性懸濁液にアルカリ水溶液を添加してpH値を13以上のアルカリ性懸濁液とし、80℃~103℃の温度範囲で加熱処理した後、濾過、水洗、乾燥して得ることができる。

【0047】本発明における出発原料粒子粉末としての針状ゲータイト粒子粉末は、長軸径の幾何標準偏差値が1.70以下、短軸径の幾何標準偏差値が1.50以下、平均長軸径が $0.01\sim0.25\mu$ m、BET比表面積値が $50\sim250$ m²/g、粉体pH値が $2\sim8$ 、可溶性ナトリウム塩がNa換算で $300\sim1500$ ppm、可溶性硫酸塩が SO_4 換算で $150\sim3000$ ppmである。好ましくは、平均短軸径が $0.005\sim0.125\mu$ m、軸比が $2\sim20$ である。

【0048】なお、針状ゲータイト粒子の生成反応中に、粒子の長軸径、短軸径、軸比等の諸特性向上のために通常添加されているNi、Zn、P、Si等の異種元素が添加されていても支障はない。

【0049】加熱処理温度が100℃未満の場合、ゲータイト超微粒子を十分に針状ゲータイト粒子に吸収させることが困難であり、粒度が均斉な粒子を得ることができない。200℃を超える場合、ゲータイト超微粒子成分が存在したまま針状ゲータイト粒子の脱水が始まるため、粒子間で焼結が起こり、粒度が均斉な粒子粉末を得ることができない。工業的な生産性等を考慮すれば加熱処理温度は好ましくは、120~200℃である。

【0050】加熱処理の時間は、5~60分が好まし

【0051】100~200℃の温度範囲で加熱処理した針状ゲータイト粒子粉末は、長軸径の幾何標準偏差値が1.50以下、短軸径の幾何標準偏差値が1.30以 下、平均長軸径が0.01~0.2μm、BET比表面

積値が50~250m² /g、粉体pH値が3~8、可溶性ナトリウム塩がNa換算で300~1500ppm、可溶性硫酸塩がSO、換算で150~3000ppmである。好ましくは、平均短軸径が0.005~0.10μm、軸比が2~20である。

【0052】加熱脱水処理の温度が550℃未満の場合には、焼きしめによる高密度化が不十分であるため針状へマタイト粒子粉末の粒子内部及び粒子表面に脱水孔が多数存在しており、その結果、ピヒクル中における分散が不十分となり、非磁性下地層を形成した時、表面平滑10な塗膜が得られにくい。850℃を超える場合には、針状へマタイト粒子粉末の高密度化は十分なされているが、粒子及び粒子相互間の焼結が生じるため、粒子径が増大し、同様に表面平滑な塗膜は得られにくい。加熱温度の上限値は好ましくは800℃である。

【0053】なお、本発明に係る針状へマタイト粒子粉末としては、100~200℃の温度範囲で加熱処理した針状ゲータイト粒子粉末を、あらかじめ250~500℃の温度範囲で加熱脱水処理を行い低密度針状へマタイト粒子粉末を得、次いで、該低密度針状へマタイト粒 20子粉末を550~850℃の温度範囲で焼きしめを行うことにより得られる高密度針状へマタイト粒子粉末であることが好ましい。

【0054】あらかじめ行う加熱脱水処理の温度が250℃未満の場合には、脱水反応に長時間を要する。加熱脱水温度が500℃を超える場合には、脱水反応が急激に生起し、粒子の形状が崩れやすくなったり、粒子相互間の焼結を引き起こす可能性がある。加熱脱水処理して得られる針状へマタイト粒子は、針状ゲータイト粒子からH2Oが脱水され、脱水孔を多数有する低密度粒子で30あり、BET比表面積値が針状ゲータイト粒子粉末の1.2~2倍程度となる。

【0055】焼きしめ処理の温度が550℃未満の場合には、高密度化が不十分であるため針状へマタイト粒子粉末の粒子内部及び粒子表面に脱水孔が多数存在しており、その結果、ビヒクル中における分散が不十分となり、非磁性下地層を形成した時、表面平滑な塗膜が得られにくい。850℃を超える場合には、針状へマタイト粒子粉末の高密度化は十分なされているが、粒子相互間の焼結が生じるため、粒子径が増大し、同様に表面平滑40な塗膜は得られにくい。加熱温度の上限値は好ましくは800℃である。

【0056】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末は、550~850℃の加熱脱水処理又は焼きしめ処理に先立って、あらかじめ粒子表面を焼結防止剤で被覆処理しておくことが好ましい。焼結防止剤による被覆処理は、出発原料粒子粉末である針状ゲータイト粒子粉末、100~200℃で加熱処理後の針状ゲータイト粒子粉末、又は該針状ゲータイト粒子粉末を250~500℃の温度範囲で加熱脱水処理して得られる低密度針状へマタイ50

ト粒子粉末を含むいずれかの水懸濁液中に焼結防止剤を 添加し、混合攪拌した後、適別、水洗、乾燥すればよ い。

【0057】焼結防止剤としては、通常使用されるヘキサメタリン酸ナトリウム、ポリリン酸、オルトリン酸等のリン化合物、3号水ガラス、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム、コロイダルシリカ等のケイ素化合物、ホウ酸等のホウ素化合物、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩や、アルミン酸ソーダ等のアルミン酸アルカリ塩、アルミナゾル等のアルミニウム化合物、硫酸チタニル等のチタン化合物を使用することができる。

【0058】針状へマタイト粒子粉末を水性懸濁液とするに当って、あらかじめ乾式で粗粉砕をして粗粒をほぐした後、スラリー化し、次いで、湿式粉砕することにより更に粗粒をほぐしておくことが好ましい。湿式粉砕は、少なくとも44 μ m以上の粗粒が無くなるようにボールミル、サンドグラインダー、コロイドミル等を用いて行えばよい。湿式粉砕の程度は44 μ m以上の粗粒が10%以下、好ましくは5%以下、より好ましくは0%である。44 μ m以上の粗粒が10%を超えて残存していると、次工程におけるアルカリ性懸濁液中での加熱処理の効果が得られ難い。

【0059】アルカリ水溶液は、針状へマタイト粒子粉末を水中へ分散させた針状へマタイト粒子粉末を含有する水性懸濁液へ添加する。

[0060] 針状へマタイト粒子粉末を含有する水性懸 濁液中における針状へマタイト粒子粉末の濃度は、50 ~250g/1が好ましい。

【0061】アルカリ水溶液としては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム等の水酸化アルカリの水溶液を用いることができる。

【0062】針状へマタイト粒子粉末を含有するアルカリ性懸濁液中のpH値は13以上である。pH13未満の場合には、針状へマタイト粒子粉末の粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋を効果的に取りはずすことができず、粒子内部及び粒子表面に存在する可溶性ナトリウム塩、可溶性硫酸塩等の効果的な洗い出しができない。pH値の上限は14である。針状へマタイト粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋の取りはずしや可溶性ナトリウム塩、可溶性硫酸塩等の洗い出しの効果、更には、アルカリ性懸濁液中の加熱処理において針状へマタイト粒子表面に付着したナトリウム等のアルカリを除去するための洗浄効果を考慮すれば、pH値は13.1~13.8の範囲が好ましい。

【0063】前記針状へマタイト粒子粉末を含有するアルカリ性懸濁液の加熱温度は、80~103℃である。80℃未満の場合には、針状へマタイト粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋を効果的に取りはず

12

すことが困難となる。 1 0 3 ℃を超える場合には、固体 架橋は効果的に取りはずすことはできるが、オートクレープ等が必要となったり、常圧下においては被処理液が 沸騰するなど工業的に不利となる。より好ましくは 9 0 ~ 1 0 0 ℃である。

【0064】アルカリ性懸濁液中で加熱処理した針状へマタイト粒子粉末は、常法によって、濾別、水洗することにより、粒子内部及び粒子表面から洗い出した可溶性ナトリウム塩及び可溶性硫酸塩やアルカリ性懸濁液処理中に針状へマタイト粒子表面に付着したナトリウム等の10アルカリを除去し、次いで、乾燥する。

【0065】水洗は、デカンテーションによって洗浄する方法、フィルターシックナーを使用して希釈法で洗浄する方法、フィルタープレスに通水して洗浄する方法等の工業的に通常使用されている方法を行えばよい。

【0066】なお、針状へマタイト粒子粉末の粒子内部に含有されている可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩を洗い出しておけば、それ以降の工程、例えば、後出する被覆処理工程において針状へマタイト粒子粉末の粒子表面に可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩が付着しても水 20 洗により容易に除去することができる。

【0067】次に、本発明に係る表面被覆物で被覆されている針状へマタイト粒子粉末の表面被覆処理は、本発明に係る針状へマタイト粒子粉末を水溶液中に分散して得られる水懸濁液に、アルミニウム化合物、ケイ素化合物又は当該両化合物を添加して混合攪拌することにより、または、必要により、混合攪拌後にpH値を調整することにより、前記針状へマタイト粒子粉末の粒子表面に、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物を被覆すればよく、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉砕する。必要により、更に、脱気・圧密処理等を行ってもよい。

【0068】表面被覆処理に用いるアルミニウム化合物 及びケイ素化合物としては、前出焼結防止剤として用い ているアルミニウム化合物及びケイ素化合物と同じもの が使用できる。

【0069】次に、本発明に係る磁気記録媒体について述べる。

【0070】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層及び該 40 非磁性下地層上に形成された磁気記録層とからなる。

【0071】前記非磁性支持体としては、現在、磁気記録媒体に汎用されているポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド等の合成樹脂フィルム、アルミニウム、ステンレス等金属の箔や板および各種の紙を使用することができる。その厚みは、その材質により種々異なるが、通常好ましくは $1.0\sim300\mu$ m、より好ましくは $2.0\sim200\mu$ mである。磁気ディスクの場合、非 50

磁性支持体としてはポリエチレンテレフタレートが通常用いられ、その厚みは、通常 $50\sim300\,\mu$ m、好ましくは $60\sim200\,\mu$ mである。磁気テープの場合は、ポリエチレンテレフタレートの場合、その厚みは、通常 $3\sim100\,\mu$ m、好ましくは $4\sim20\,\mu$ m、ポリエチレンナフタレートの場合、その厚みは、通常 $3\sim50\,\mu$ m、好ましくは $4\sim20\,\mu$ m、ポリアミドの場合、その厚みは、通常 $2\sim10\,\mu$ m、ポリアミドの場合、その厚みは、通常 $2\sim10\,\mu$ m、がましくは $3\sim7\,\mu$ mである。【0072】本発明における非磁性下地層は、本発明に係る針状へマタイト粒子粉末又は本発明に係る表面被覆物で被覆されている針状へマタイト粒子粉末と結合剤樹脂とからなる。

【0073】結合剤樹脂としては、現在、磁気記録媒体 の製造に当って汎用されている塩化ビニルー酢酸ビニル 共重合体、ウレタン樹脂、塩化ビニルー酢酸ビニルーマ レイン酸共重合体、ウレタンエラストマー、ブタジエン -アクリロニトリル共重合体、ポリビニルブチラール、 ニトロセルロース等セルロース誘導体、ポリエステル樹 脂、ポリプタジエン等の合成ゴム系樹脂、エポキシ樹 脂、ポリアミド樹脂、ポリイソシアネート、電子線硬化 型アクリルウレタン樹脂等とその混合物を使用すること ができる。また、各結合剤樹脂には-OH、-COO H、-SO₃ M、-OPO₂ M₂、-NH₂ 等の極性基 (但し、MはH、Na、Kである。) が含まれていても よい。本発明に係る針状へマタイト粒子粉末のビヒクル 中における分散性を考慮すれば、極性基として-COO H、-SO。Mが含まれている結合剤樹脂が好ましい。 【0074】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末又は 本発明に係る表面被覆物で被覆されている針状へマタイ ト粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂1 00重量部に対し、針状へマタイト粒子粉末が5~20 00重量部、好ましくは100~1000重量部であ

【0075】非磁性支持体上に形成された非磁性下地層の塗膜厚さは、 $0.2\sim10\mu$ mである。 0.2μ m未満の場合には、非磁性支持体の表面粗さを改善することが困難となり、塗膜の強度も不十分となりやすい。磁気記録媒体の薄層化及び塗膜の強度を考慮すれば、塗膜厚さはより好ましくは $0.5\sim5\mu$ mである。

【0076】なお、非磁性下地層に、通常の磁気記録媒体の製造に用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を、必要により、添加してもよい。

【0077】粒子表面が前記表面被覆物によって被覆されていない本発明に係る針状へマタイト粒子粉末を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が196~300%、好ましくは200~300%、より好ましくは204~300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5~8.2 nm、好ましくは0.5~7.9 nmであって、より好ましくは0.5~7.4 nm、塗膜の強度は、ヤング率(相対値)が120~160、好ましくは123~16

0 である。

【0078】粒子表面が前記表面被覆物によって被覆されている本発明に係る針状へマタイト粒子粉末を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が198~300%、好ましくは206~300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5~8.0nm、好ましくは0.5~7.5nm、より好ましくは0.5~7.0nmであって、塗膜の強度は、ヤング率(相対値)が122~160、好ましくは126~160である。

【0079】本発明における磁気記録層は、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる。 【0080】本発明における鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末は、鉄を50~99重量%、好ましくは60~95重量%含有している粒子粉末であり、必要により、鉄以外のA1、Co、Ni、P、Si、B、Nd、La、Y等を0.05~10重量%程度含有していてもよい。

【0081】殊に、アルミニウムを含有した鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末を使用して本発明に係る磁 20 気記録媒体を製造した場合には、より耐久性に優れた磁気記録層や磁気記録媒体を得ることができる。アルミニウムの含有量はFeに対してA1換算で0.05~10 重量%が好ましい。

【0082】Feに対してAI換算で0.05重量%以上のアルミニウムを含有する鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末を使用して本発明に係る磁気記録媒体を製造した場合には、アルミニウムを含有する鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の樹脂吸着強度が向上するため、耐久性がより向上する。10重量%を超える場合に30は、磁気記録媒体は十分な耐久性を有しており、必要以上に存在させる意味がない。また、非磁性成分であるアルミニウムの増加により鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の磁気特性が損なわれる。

【0083】なお、A1とNd、La、Y等の希土類金属とを含有している鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末を使用して、磁気記録媒体を製造した場合には、より耐久性に優れた磁気記録媒体を得ることができる。殊に、A1とNdとを含有している鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末がより好ましい。

【0084】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末は、平均長軸径が $0.01\sim0.5\mu$ m、好ましくは $0.03\sim0.3\mu$ mである。該粒子粉末の粒子の形状は針状が好ましい。ここで「針状」とは、文字通りの針状はもちろん、紡錘状や米粒状などを含む意味である。

【0085】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の軸比は3以上、好ましくは5以上であり、ピヒクル中における分散性を考慮すれば、その上限値は15であり、好ましくは10である。

【0086】特に、アルミニウムを含有する鉄を主成分 50 8.0nm以下、好ましくは2.0~7.7nm、より

とする針状金属磁性粒子粉末の樹脂吸着強度は65%以上であり、好ましくは68%以上であり、より好ましくは70%以上である。

【0087】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の磁気特性は、保磁力値が800~35000e、好ましくは900~35000e、飽和磁化値が90~170emu/gである。

【0088】結合剤樹脂としては、前記非磁性下地層を 10 形成するために用いた結合剤樹脂を使用することができ ス

【0089】非磁性下地層上に設けられた磁気記録層の 塗膜厚さは、 $0.01\sim5\mu$ mの範囲である。0.01 μ m未満の場合には、均一な塗布が困難であり、塗りむ ら等の現象が出やすくなるため好ましくない。 5μ mを 超える場合には、反磁界の影響のため、所望の電磁変換 特性が得られにくくなる。好ましくは $0.05\sim1\mu$ m の範囲である。

【0090】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、磁性粒子粉末が200~2000重量部、好ましくは300~1500重量部である。

【0091】磁気記録層中には、通常用いられる潤滑 剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加してもよい。

【0092】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性下地 層用非磁性粒子粉末として表面被覆物によって被覆され ていない本発明に係る針状へマタイト粒子粉末を用いた 場合には、保磁力値が800~35000e、好ましく は900~35000 e、角形比(残留磁束密度Br/ 飽和磁東密度Bm) が0.87~0.95、好ましくは 0.88~0.95、塗膜の光沢度が197~300 %、好ましくは202~300%、塗膜表面粗度Raが 8. 2 n m 以下、好ましくは2. 0~7. 9 n m、より 好ましくは2.0~7.4nm、ヤング率が126~1 60、好ましくは130~160、耐久性のうち走行耐 久性は19分以上、好ましくは21分以上、すり傷特性 はA又はB、好ましくはA、耐腐蝕性のうち、保磁力値 の変化率(%)で示す耐腐蝕性が10.0%以下、好ま しくは9.5%以下、飽和磁束密度値の変化率(%)で 40 示す耐腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以 下である。

【0093】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性下地層用非磁性粒子粉末として表面被覆物によって被覆されている本発明に係る針状へマタイト粒子粉末を用いた場合には、保磁力値が800~3500〇e、好ましくは900~3500〇e、角形比(残留磁束密度Br/飽和磁束密度Bm)が0.87~0.95、好ましくは0.88~0.95、塗膜の光沢度が200~300%、好ましくは205~300%、塗膜表面粗度Raが

好ましくは $2.0\sim7.2$ nm、ヤング率が $128\sim160$ 、好ましくは $132\sim160$ 、耐久性のうち走行耐久性は 22 分以上、好ましくは 24 分以上、すり傷特性は A又は B、好ましくは A、耐腐蝕性のうち、保磁力値の変化率 (%) で示す耐腐蝕性が 10.0%以下、好ましくは 9.5%以下、飽和磁束密度値の変化率 (%) で示す耐腐蝕性が 10.0%以下、好ましくは 10.0%以下、好ましくは 10.0%以下、好ましくは 10.0%以下である。

【0094】磁気記録媒体の耐久性を考慮して、磁性粒 子粉末としてアルミニウムを含有した鉄を主成分とする 10 針状金属磁性粒子粉末を用い、非磁性下地層用非磁性粒 子粉末として表面被覆物によって被覆されていない本発 明に係る針状へマタイト粒子粉末を用いた場合には、保 磁力値が800~35000e、好ましくは900~3 5000e、角形比(残留磁束密度Br/飽和磁束密度 Bm) が0.87~0.95、好ましくは0.88~ 0.95、塗膜の光沢度が200~300%、好ましく は205~300%、塗膜表面粗度Raが8.0nm以 下、好ましくは2.0~7.7 nm、より好ましくは 2. 0~7. 2 nm、ヤング率が128~160、好ま 20 しくは132~160、耐久性のうち走行耐久性は24 分以上、好ましくは26分以上、すり傷特性はB又は A、好ましくはA、耐腐蝕性のうち、保磁力値の変化率 (%) で示す耐腐蝕性が10.0%以下、好ましくは 9. 5%以下、飽和磁束密度値の変化率(%)で示す耐 腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以下であ

【0095】磁性粒子粉末としてアルミニウムを含有す る鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末を用い、非磁 性下地層用非磁性粒子粉末として表面被覆物によって被 30 覆されている本発明に係る針状へマタイト粒子粉末を用 いた場合には、保磁力値が800~35000e、好ま しくは900~3500Oe、角形比(残留磁束密度B r/飽和磁束密度Bm)が0.87~0.95、好まし くは0.88~0.95、塗膜の光沢度が202~30 0%、好ましくは207~300%、塗膜表面粗度Ra が7.8 nm以下、好ましくは2.0~7.5 nm、よ り好ましくは2.0~7.0nm、ヤング率が130~ 160、好ましくは134~160、耐久性のうち走行 耐久性は25分以上、好ましくは27分以上、すり傷特 40 性はB又はA、好ましくはA、耐腐蝕性のうち、保磁力 値の変化率(%)で示す耐腐蝕性が10.0%以下、好 ましくは9.5%以下、飽和磁束密度値の変化率(%) で示す耐腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5% 以下である。

【0096】なお、前記非磁性下地層及び前記磁気記録層の形成に当って用いる溶剤としては、磁気記録媒体に汎用されているメチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノン、メチルイソプチルケトン、テトラヒドロフラン及びその混合物等を使用することができる。

【0097】溶剤の使用量は、粒子粉末100重量部に対しその総量で65~1000重量部である。65重量部未満では塗料とした場合に粘度が高くなりすぎ塗布が困難となる。1000重量部を超える場合には、塗膜を形成する際の溶剤の揮発量が多くなりすぎ工業的に不利となる。

[0098]

【発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は、 次の通りである。

【0099】粒子の平均長軸径、平均短軸径は、電子顕微鏡写真(×30,000)を縦方向及び横方向にそれぞれ4倍に拡大した写真に示される粒子約350個について長軸径、短軸径をそれぞれ測定し、その平均値で示した。

【0100】軸比は、平均長軸径と平均短軸径との比で示した。

【0101】粒子の長軸径及び短軸径(以下、「粒子径」という。)の粒度分布は、下記の方法により求めた 幾何標準偏差値で示した。

【0102】即ち、上記拡大写真に示される粒子の粒子径を測定した値を、その測定値から計算して求めた粒子の実際の粒子径と個数から統計学的手法に従って対数正規確率紙上に横軸に粒子径を、縦軸に所定の粒子径区間のそれぞれに属する粒子の累積個数(積算フルイ下)を百分率でプロットする。そして、このグラフから粒子の個数が50%及び84.13%のそれぞれに相当する粒子径の値を読みとり、幾何標準偏差値=積算フルイ下84.13%における粒子径/積算フルイ下50%における粒子径(幾何平均径)に従って算出した値で示した。幾何標準偏差値が1に近い程、粒子の粒度分布が優れていることを意味する。

【0103】比表面積値はBET法により測定した値で 示した。

【0104】針状へマタイト粒子粉末及び鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の粒子内部や粒子表面に存在するA1量、Si量、P量及びNd量のそれぞれは「蛍光X線分析装置3063M型」(理学電機工業(株)製)を使用し、JIS K0119の「けい光X線分析通則」に従って測定した。

【0105】粉体pH値は、試料5gを300mlの三角フラスコに秤り取り、煮沸した純水100mlを加え、加熱して煮沸状態を約5分間保持した後、栓をして常温まで放冷し、減量に相当する水を加えて再び栓をして1分間振り混ぜ、5分間静置した後、得られた上澄み液のpH値をJIS Z 8802-7に従って測定し、得られた値を粉体pH値とした。

【0106】可溶性ナトリウム塩及び可溶性硫酸塩の含有量は、上記粉体pH値の測定用に作製した上澄み液をNo.5Cの濾紙を用いて濾過し、濾液中のNa⁺及び50 SO₄²⁻を誘導結合プラズマ発光分光分析装置(セイ

コー電子工業株式会社製)を用いて測定した。

【0107】針状へマタイト粒子粉末の密度化の程度 は、前述した通り、Sвет / Ѕтем 値で示した。こ こで、SBET値は、上記BET法により測定した比表 面積の値である。STEN値は、前記電子顕微鏡写真か ら測定した粒子の平均長軸径lcm、平均短軸径wcm を用いて粒子を直方体と仮定して数1に従って算出した 値である。

[0108]

【数1】 S_{TEM} 値 $(m^2/g) = [(41w+2)]$ w^{2}) / (1 $w^{2} \cdot \rho_{p}$)) × 10⁻⁴

(但し、 ρ)。はヘマタイト粒子の真比重であり、5.2 g/cm³を用いた。)

【0109】樹脂吸着強度は、樹脂が針状へマタイト粒 子粉末に吸着される程度を示すものであり、下記の方法 により求めた値が100に近いほど樹脂が針状へマタイ ト粒子粉末の粒子表面に強く吸着されていることを示 す。

【0110】先ず、樹脂吸着量Waを求める。被測定粒 子粉末20gとスルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビ 20 ニル樹脂2gを溶解させた混合溶剤とを3mmφスチー ルビーズ120gとともに100m1ポリピンに入れ、 60分間ペイントシェーカーで混合分散する。

【0111】次に、この塗料組成物50gを取り出し5 0mlの沈降管に入れ回転数10000rpmで15分 間遠心分離を行い、固形部分と溶剤部分とを分離する。 そして、溶剤部分に含まれる樹脂固形分濃度を重量法に よって定量し、仕込みの樹脂量との差し引きにより、固 形部分に存在する樹脂量を求め。これを粒子に対する樹 脂吸着量Wa(mg/g)とする。

【0112】次に、先に分離した固形部分のみを100 mlトールピーカーに全量取り出し、これに混合溶剤 (メチルエチルケトン25g、トルエン15g、シクロ ヘキサノン10g)50gを加え、15分間超音波分散 を行って懸濁状態とした後、50m1沈降管に入れ回転 数10000rpmで15分間遠心分離を行い、固形部 分と溶剤部分とを分離する。そして、溶剤部分の樹脂固 形分濃度を測定することによって、粒子表面に吸着して いた樹脂のうち溶剤相に抽出された樹脂量を定量する。

【0113】更に、上記固形部分のみの100mlトー 40 ルビーカーへの全量取り出しから溶剤相に溶け出した樹 脂量の定量までの操作を2回繰り返し、合計3回の溶剤 相中における樹脂の抽出量の総和We(mg/g)を求 め、数2に従って求めた値を樹脂吸着強度(%)とし た。

[0114]

【数 2 】樹脂吸着強度 (%) = [(Wa-We)/W a) ×100

【0115】塗料粘度は、得られた塗料の25℃におけ る塗料粘度を、E型粘度計EMD-R (株式会社東京計 50

器製)を用いて測定し、ずり速度D=1.92sec ^{- 1} における値で示した。

【0116】非磁性下地層及び磁気記録層の塗膜表面の 光沢度は、「グロスメーターUGV-5D」(スガ試験 機株式会社製)を用いて塗膜の45°光沢度を測定して 求めた。

【0117】表面粗度Raは、「Surfcom-57 5 A」(東京精密株式会社製)を用いて塗布膜の中心線 平均粗さを測定した。

【0118】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末及 び磁気記録媒体の磁気特性は、「振動試料型磁力計VS M-3S-15」(東英工業株式会社製)を使用し、外 部磁場10K〇eまでかけて測定した。

【0119】磁気記録媒体の耐久性については、次に示 す走行耐久性とすり傷特性を評価した。

【0120】走行耐久性は、「Media Durab ility Tester MDT-3000」(St einberg Associates社製)を用い て、負荷200gw、ヘッドとテープとの相対速度16 m/sにおける実可動時間で評価した。実可動時間が長 い程走行耐久性が良いことを示す。

【0121】すり傷特性は、走行後のテープの表面を顕 微鏡で観察し、すり傷の有無を目視で評価し、下記の4 段階の評価を行った。

A: すり傷なし

B: すり傷若干有り

C: すり傷有り

D:ひどいすり傷有り

【0122】塗膜の強度は、「オートグラフ」(株式会 30 社島津製作所製)を用いて塗膜のヤング率を測定して求 めた。ヤング率は市販ビデオテープ「AV T-120 (日本ビクター株式会社製)」との相対値で表した。相 対値が高いほど塗膜の強度が良好であることを示す。

【0123】磁気記録層中の鉄を主成分とする針状金属 磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気記録媒体の磁気特性の経 時変化は、磁気記録媒体を温度60℃、相対湿度90% の環境下に14日間放置し、放置前後の保磁力値及び飽 和磁束密度値を測定し、その変化量を放置前の値で除し た値を変化率として百分率で示した。

【0124】磁気記録媒体を構成する非磁性支持体、非 磁性下地層及び磁気記録層の各層の厚みは、次の通りの 測定手法によって測定した。

【0125】デジタル電子マイクロメーターK351C (安立電気株式会社製) を用いて、先ず、非磁性支持体 の膜厚(A)を測定する。次に、非磁性支持体と該非磁 性支持体上に形成された非磁性下地層との厚み(B)

(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みとの総和) を同様にして測定する。更に、非磁性下地層上に磁気記 録層を形成することにより得られた磁気記録媒体の厚み

(C) (非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みと磁

気記録層の厚みとの総和)を同様にして測定する。そして、非磁性下地層の厚みは(B)-(A)で示し、磁気記録層の厚みは(C)-(B)で示した。

【0126】 <紡錘状へマタイト粒子粉末の製造>硫酸 第一鉄水溶液と炭酸ナトリウム水溶液とを用いて得られた紡錘状ゲータイト粒子粉末(平均長軸径0.0812μm、長軸径の幾何標準偏差値1.53、平均短軸径0.0110μm、短軸径の幾何標準偏差値1.33、軸比7.4、BET比表面積値168.9m²/g、粉体pH値6.8、可溶性ナトリウム塩(Na換算)1212ppm及び可溶性硫酸塩(SO4換算)1816ppm)1200gを水中に懸濁させてスラリーとし、固形分濃度を8g/1に調整した。このスラリー1501を加熱し、温度を60℃とし、0.1NのNaOH水溶液を加えてスラリーのpH値を10.0に調整した。

【0127】次に、上記アルカリ性スラリー中に、焼結防止剤として3号水ガラス36.0gを徐々に加え、添加が終わった後、60分間熟成を行った。次に、このスラリーに0.1Nの酢酸溶液を加え、スラリーのpH値を6.0に調整した。その後、常法により、濾別、水洗、乾燥、粉砕を行い、ケイ素の酸化物が粒子表面に被覆されている紡錘状ゲータイト粒子粉末を得た。ケイ素の含有量はSiO。換算で0.78重量%であった。

【0128】得られた紡錘状ゲータイト粒子粉末を金属 製の熱処理炉に入れ、150℃で30分間加熱処理を行 い、紡錘状ゲータイト粒子粉末中に含まれるゲータイト 超微粒子を紡錘状ゲータイト粒子に吸収させた。

【0129】得られた紡錘状ゲータイト粒子粉末は、平均長軸径0.0813μm、長軸径の幾何標準偏差値1.38、平均短軸径0.0110μm、短軸径の幾何30標準偏差値1.17、軸比7.4、BET比表面積値190.6m²/g、粉体pH値7.5、可溶性ナトリウム塩(Na換算)809ppm及び可溶性硫酸塩(SO4換算)421ppmであった。ケイ素の含有量はSiO2換算で0.78重量%であった。

【0130】次いで、得られた紡錘状ゲータイト粒子粉末を再度、金属製の熱処理炉に入れ、320℃で30分間加熱脱水処理を行い、紡錘状ゲータイト粒子粉末を脱水して、低密度紡錘状へマタイト粒子粉末は、平均長軸径0.0736 μ m、長軸径の幾何標準偏差値1.38、平均短軸径0.0118 μ m、短軸径の幾何標準偏差値1.38、平均短軸径0.0118 μ m、短軸径の幾何標準偏差値1.16、軸比6.2、BET比表面積値190.3m 2 /g、S_{BET}/S_{TEM}値2.70、粉体pH値6.1、可溶性ナトリウム塩(Na換算)1826ppm及び可溶性硫酸塩(SO4換算)2512ppmであった。ケイ素の含有量はSiO2換算で0.78重量%であった。

【0131】次に、上記低密度紡錘状へマタイト粒子粉 ラスピンにガラスピーズ及び溶剤とともに添加し、ベ末850gをセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動 50 ントコンディショナーで6時間混合・分散を行った。

させながら空気中650℃で30分間熱処理を行い、脱水孔の封孔処理を行った。高密度化された紡錘状へマタイト粒子粉末は、平均長軸径0.0727 μ m、長軸径の幾何標準偏差値1.38、平均短軸径0.0120 μ m、短軸径の幾何標準偏差値1.17、軸比6.1、BET比表面積値86.8 m^2 /g、 S_B ET/ S_T EM 値1.25、粉体pH値5.8、可溶性ナトリウム塩(Na換算)2121ppm及び可溶性硫酸塩(SO4換算)2832ppmであった。ケイ素の含有量はSiO2換算で0.87重量%であった。

【0132】 <紡錘状へマタイト粒子粉末のアルカリ性 懸濁液中の加熱処理>得られた高密度紡錘状へマタイト 粒子粉末800gを奈良式粉砕機で粗粉砕した後、純水 4.71に投入し、ホモミキサー(特殊機化工業株式会 社製)を用いて60分間解膠した。

【0133】次に、得られた髙密度紡錘状へマタイト粒子粉末のスラリーを横型SGM(ディスパマットSL:エスシー・アディケム株式会社製)で循環しながら、軸回転数2000rpmのもとで3時間混合・分散した。得られたスラリー中の紡錘状へマタイト粒子粉末の325mesh(目開き44 μ m)における篩残分は0%であった。

【0134】得られた紡錘状へマタイト粒子粉末の水洗スラリーに水を添加して濃度を50g/1とし、スラリーを51を採取した。このスラリーを攪拌しながら、6NのNaOH水溶液を加えてスラリーのpH値を13.4に調整した。次に、このスラリーを攪拌しながら加熱して95℃まで昇温し、その温度で3時間保持した。

【0135】次に、このスラリーをデカンテーション法により水洗し、pH値が10.5のスラリーとした。正確を期すため、この時点でのスラリー濃度を確認したところ98g/1であった。

【0136】次に、得られた水洗スラリー11をプフナーロートを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度が 30μ S以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉砕して、目的とする紡錘状へマタイト粒子粉末を得た。得られた紡錘状へマタイト粒子粉末は、平均長軸径 0.0726μ m、長軸径の幾何標準偏差値1.38、平均短軸径 0.0120μ m、短軸径の幾何標準偏差値1.17、軸比6.1、BET比表面積値(S_{BET}) $86.2m^2$ /g、 S_{BET} / S_{TEM} 6位 1.24、粉体pH值9.0、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で86ppm及び可溶性硫酸塩の含有量が SO_4 換算で32ppmであった。

【0137】<非磁性下地層の形成>得られた高密度紡錘状へマタイト粒子粉末と結合剤樹脂及び溶剤とを混合し、固形分率75重量%でプラストミルを用いて30分間混練した。しかる後、所定量の混練物を取り出し、ガラスピンにガラスピーズ及び溶剤とともに添加し、ペイントコンディショナーで6時間混合・分散を行った。

【0138】得られた非磁性塗料の組成は、下記の通りであった。

[0139]

紡錘状へマタイト粒子粉末:

100重量部、

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニルー酢酸ビニル共重合樹脂: 10重量部、

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂: 10重量部、

シクロヘキサノン: 44.

メチルエチルケトン:

44.6重量部、 111.4重量部、

トルエン:

66.9重量部。

【0140】得られた非磁性塗料の塗料粘度は、435 10 短軸径0.0152μm、軸比6.8、保磁力値191 cPであった。 00e、飽和磁化値136emu/g)と結合剤樹脂及

【0141】得られた非磁性塗料を厚さ 14μ mのポリエチレンテレフタレートフィルム上にアプリケーターを用いて 55μ mの厚さに塗布し、次いで、乾燥させることにより非磁性下地層を形成した。

【0142】得られた非磁性下地層の厚みは3.4μm、光沢は208%、表面粗度Raは6.4nm、ヤング率は134であった。

【0143】<磁気記録層の形成>鉄を主成分とする針 状金属磁性粒子粉末(平均長軸径0.103μm、平均 20

短軸径 0. 0152 μm、軸比 6. 8、保磁力値19100 e、飽和磁化値136 emu/g)と結合剤樹脂及び溶剤とを混合し、固形分率78重量%でプラストミルを用いて30分間混練して混練物を得た。この混練物をガラスピンにガラスピーズ及び溶剤とともに添加し、ペイントコンディショナーで6時間混合・分散を行った。

【0144】その後、研磨剤、潤滑剤及び硬化剤とを加え、更に、15分間混合・分散した。得られた磁性塗料の組成は下記の通りであった。

[0145]

鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末:

100重量部、

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂: 10重量部、 スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂: 10重量部、 研磨剤(AKP-30): 10重量部、 カーボンブラック #3250B: 1.0重量部、

潤滑剤(ミリスチン酸:ステアリン酸プチル=1:2):

3. 0重量部、

5重量部、

64.9重量部、

162. 2重量部、

97.3重量部。

硬化剤(ポリイソシアネート):

シクロヘキサノン: メチルエチルケトン:

トルエン:

【0146】得られた磁性塗料を前記非磁性下地層の上にアプリケーターを用いて 15μ mの厚さに塗布した後、磁場中において配向・乾燥し、次いで、カレンダー処理を行った後、60℃で24時間硬化反応を行い0.5インチ幅にスリットして磁気テープを得た。

【0147】得られた磁気記録層の膜厚は 1.0μ mであった。

【0148】得られた磁気テープのHcは19910 e、角型比(Br/Bm)は0.88、光沢度は235 %、表面粗度Raは5.8nm、ヤング率は137であった。耐久性のうち走行耐久性は、29.8分、すり傷 特性はAであった。

【0149】磁気テープの磁気特性の経時変化は、保磁力値については4.6%、飽和磁束密度値は3.8%であった。

[0150]

【作用】本発明において重要な点は、加熱脱水処理に先 タイト粒子に吸収されるため、超微粒子成分が少なく、 立って、針状ゲータイト粒子粉末を100~200℃の 50 長軸径の粒度が均斉であるとともに短軸径の粒度も均斉

温度範囲で加熱処理し、該ゲータイト粒子粉末を加熱脱水処理又は250~500℃の加熱脱水処理及び焼きしめ処理を行って針状へマタイト粒子粉末とした後、該針状へマタイト粒子粉末の懸濁液をアルカリ性懸濁液中で加熱処理することにより、長軸径の幾何標準偏差値が1.50以下であって、短軸径の幾何標準偏差値が1.30以下である粒度が均斉な、殊に短軸径の粒度が均斉であって、且つ、粉体pH値が8.0以上、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である針状へマタイト粒子粉末を得ることができるという事実である。

【0151】本発明に係る粒度が均斉な針状へマタイト 粒子粉末が得られる理由について、本発明者は、針状ゲータイト粒子粉末を、100~200℃の温度範囲で加 熱処理することにより、ゲータイト超微粒子が針状ゲー タイト粒子に吸収されるため、超微粒子成分が少なく、 長軸径の数度が均多であるとともに毎軸径の数度も均斉

である針状ゲータイト粒子粉末が得られるとともに、ゲータイト超微粒子成分が減少することによって、その後の加熱脱水処理においてゲータイト超微粒子に起因する粒子相互間の焼結が起こりにくいことにより、針状ゲータイト粒子粉末の均斉な粒度を保持した針状へマタイト粒子粉末を得ることができるためと考えている。

【0153】本発明に係る磁気記録媒体の表面平滑性が向上する理由について、本発明者は、本発明に係る針状へマタイト粒子粉末の長軸径の幾何標準偏差値が1.50以下、短軸径の幾何標準偏差値が1.30以下であり、粗大な粒子や微細な粒子の存在が少ない均斉な粒子であること及びBET比表面積値が40~180㎡²/gであり、粒子内部及び粒子表面に脱水孔が少ない粒子であることの相乗効果により、ビヒクル中での分散性が20より向上したこと、また、針状へマタイト粒子相互を強固に架橋して凝集させる原因となっている可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩を十分水洗除去することができたことに起因して、凝集物が解きほぐされて、実質的に独立している粒子とすることができ、その結果、得られる非磁性下地層の表面平滑性も更に向上したものと考えて

いる。

【0154】また、本発明に係る磁気記録媒体の磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制されている理由として、本発明者は、金属の腐蝕を促進する可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩等の可溶性分が本発明に係る針状へマタイト粒子粉末中に少ないこと及び針状へマタイト粒子粉末自体の粉体pH値が8以上と高いことに起因して、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕の進行が抑制できたものと考えている。

【0155】殊に、磁性粒子粉末としてアルミニウムを含有している鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末を用いた磁気記録媒体の耐久性がより向上する理由について、本発明者は、アルミニウムが存在している鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末とピヒクル中における結合剤樹脂との樹脂吸着強度が高まり、その結果、磁気記録層中における磁性粒子粉末と結合剤樹脂との密着度や磁気記録層自体の非磁性下地層に対する密着度が高まったこと等によるものと考えている。

0 [0156]

【実施例】次に、実施例並びに比較例を挙げる。

【0157】ゲータイト粒子1~2

出発原料粒子粉末として、表1に示す特性を有する針状 ゲータイト粒子粉末1及び2を準備した。

[0158]

【表1】

出発原料粒子		針状ゲータイト粒子粉木の特性													
の種類	形状	平均長軸径	長軸径の 幾何標準 偏蓋値	平均 短軸径	短軸径の 幾何標準 偏差値	軸比	BET比 表面預值	可溶性 Na塩	可溶性	粉体 pH值					
		-					}	(01。换算)	(SO。換算)						
		(μm)	(-)	(µm)	(-)	(-)	(m²/g)	(ppm)	(ppm)	(-)					
ゲータイト粒子1	紡錘状	0.0593	1.56	0.0096	1.33	6.2	231.3	663	412	5.8					
#2	針状	0.0932	1.53	0.0126	1.35	7.4	186.8	1,126	368	7.8					

【0159】ゲータイト粒子3~5

出発原料粒子の種類、焼結防止剤の種類及び量を種々変 化させた以外は、前記本発明の発明の実施の形態と同様 にして焼結防止処理を行った針状ゲータイト粒子粉末を 得た。 【0160】得られた針状ゲータイト粒子粉末の諸特性 を表2に示す。

[0161]

【表2】

出発原料粒子	出発原料粒子				烧结防止统	心理技針	状ゲーター	1粒子	分末の特	性		
	の種類	平均	長軸径の	平均	短軸径の	軸比	BETH	焼紺	护止剂	可溶性	可溶性	粉体
		長軸径	幾何標準 偏蓋値	短軸径	投问標準 偏差値		表面積值	換算	I	Na塩	硫酸塩	ШHq
										(Ne技算)	(CO. IATA)	
		(µm)	(-)	(µm)	(-)	(-)	(m²/g)	元素	(EEEX)	(ppm)	(ppm)	(-)
ケータイト拉子3	実施の形態に配 数のケータイト粒子	0.0813	1.53	0.0110	1.35	7.4	190.B	P	1.08	813	412	7.6
<i>u</i> 4	ケータイト粒子1	0.0593	1.56	0.0096	1.33	6.2	228.6	P	1.64	612	515	6.1
" 5	"2	0.0931	1.53	0.0128	1.35	7.3	185.2	SiOg	1.09	1,326	412	8.0

【0162】<加熱処理>

ゲータイト粒子6~9

出発原料粒子の種類、加熱処理における温度及び時間を 種々変化させた以外は前記発明の実施の形態と同様にし 50 て針状ゲータイト粒子粉末を得た。

【0163】この時の主要製造条件を表3に、得られた 針状ゲータイト粒子粉末の諸特性を表4に示す。

[0164]

【表3】

ゲータイト粒子	出発原料	7	加熱处理染	7
	粒子の種類	穿囲気	担度	時间
	•		(9)	(min)
ゲータイト粒子6	ゲータイト粒子3	交交	. 150	30
# 7	"4	п	180	30
<i>n</i> 8	# 5	п	120	20
# g	#4	n	80	30

【0165】. 【表4】

ゲータ小粒子	加熱処理後の計状ゲータイト拉子粉末の特性														
の種類	平均	長軸径の 幾何標準	平均	短軸径の 幾何標準	始比	ветн	燒紺	功止剤	可溶性	可溶性	粉体				
	長韓係	係差値	短轴径	(編蓋値 (編蓋値		表面積值	換算	R	Na塩	硫酸堆	pH值				
									(科会技術)	(SO ₄ 換算)					
	(µm)	(-)	(µ m)	(-)	(-)	(m°/g)	元素	(重定 X)	(ppm)	(mqq)	(-)				
ゲータイト粒子6	0.0812	1.38	0.0109	1.16	7.4	191.2	P	1.18	883	146	7,5				
n 7	0.0591	1.43	0.0098	1.21	6.0	227.6	P	1.82	710	532	6.0				
7 8	0.0930	1.36	0.0128	1.25	7.3	184.8	SIO	1.20	1,410	483	7.9				
// 9	0.0590	1.53	0.0099	1.32	6.0	225.1	P	1.80	681	518	6.1				

【0166】 〈低密度針状へマタイト粒子粉末の製造〉

ヘマタイト粒子1~4

[0169]

20 【表6】

ゲータイト粒子の種類及び加熱脱水処理における温度及び時間を種々変化させた以外は前記発明の実施の形態と 同様にして低密度針状へマタイト粒子粉末を得た。

【0167】この時の主要製造条件を表5に、得られた低密度針状へマタイト粒子粉末の諸特性を表6に示す。

[0168]

【表5】

被処理粒子	ゲータイト粒子	加克	舰水処理	条件	
	の種類	雰囲気	温度	時間	
			(C)	(min)	
ヘマタイト粒子1	ゲータイト粒子6	空気	320	20	
#2	"7	n	340	30	
#3	" 8	п	350	20	
#4	//4	п	340	. 20	

被処理粒子					低岩	ががな	マタイトだ	2子粉末の	特性				
の種類	平均	長軸径の	平均	短袖径の	軸比	Sparti	S _{TEN} (II	Saar/	焼結	防止剂	可溶性	可溶性	粉体
	長軸径	幾何標準 偏差値	短軸径	幾何標準 傷羞値				S _{TEM} 他	换算	ı	Na塩	硫酸塩	рН值
											(Na換算)	(\$0,换算)	
	(µm)	(-)	(μm)	(-)	(-)	(m^2/g)	(m²/g)	(-)	元素	(重量3)	(ppm)	(ppm)	(-)
ヘマタイト粒子1	0.0731	1.37	0.0113	1.16	6.5	226.5	73.3	3.09	P	1.18	1,625	913	7.4
# 2	0.0533	1.43	0.0103	1.20	5.2	263.8	81.9	3.22	P	1.81	1,321	615	6.0
/ 3	0.0841	1.36	0.0131	1.25	5.4	216.8	63.3	3.43	SiO ₂	1.20	1,821	516	7.6
#4	0.0531	1.56	0.0104	1.33	5.1	226.6	81.2	2,79	Р	1.79	1,326	712	6.3

【0170】ヘマタイト粒子5~8及び比較例1~5 被処理粒子の種類、高温加熱処理における温度及び時間 を種々変化させた以外は前記発明の実施の形態と同様に して針状へマタイト粒子粉末を得た。

【0171】この時の主要製造条件を表7に、得られた 針状へマタイト粒子粉末の諸特性を表8に示す。 [0172]

【表7】

被処理粒子	被处理粒子	,	加熱処理染料	74		
1411						
及び	の種類	定国农	担度	89(0)		
比较例			(3)	(min)		
~マタイト粒子5	ヘマタイト粒子1	定数	680	30		
# 6	"2	п	630	40		
#7	#3	п	600	40		
#8	ゲータイト粒子7	п	650	20		
比較例t	″1	n	700	30		
#2	#9	n	630	30		
//3	ヘマタイト粒子4	"	680	30		
#4	//3	n	450	30		
#5	″9	n	900	30		

【0173】 【表8】

被処理粒子		高密度針状へマタイト位子材木の特性														
及び	平均	長軸径の 発何標準	平均	短袖径の 幾何標準	軸比	Spert	S _{TEN} (II	S DET	烧档	防止剂	可溶性	可溶性	粉体			
比较例	長軸径	通差値	短軸径	偏差值				STEM (III	换算	2	Na塩	硫酸塩	pН值			
		j									(Naft)	(SO ₄ 換算)				
	(µm)	(-)	(µm)	(-)	(-)	(m²/z)	(m²/g)	(-)	元素	(重量x)	(ppm)	(mpm)	(-)			
ヘマタイト粒子5	0.0730	1.37	0.0114	1.16	6.4	81.2	72.7	1.12	P	1.18	2,863	2,162	6.9			
#6	0.0531	1.43	0.0103	1.20	5.2	91.6	81.9	1.12	P	1.81	2,068	1,865	5.9			
# 7	0.0840	1.36	0.0130	1.25	6.5	71.6	63.8	1.12	SiOg	1.20	2,365	3,100	6.0			
#8	0.0583	1.40	0.0108	1.27	5.4	84.6	77.8	1.09	P	1.82	1,563	2,016	5.6			
比较例1	0.0432	1.61	0.0156	1.35	8.9	58.2	58.2	1.00	P	1.79	2,880	2,266	6.8			
# 2	0.0456	1.59	0.0152	1.34	3.0	72.3	59.0	1.22	P	1.81	1,865	1,265	5.8			
# 3	0.0528	1.56	0.0107	1.33	4.9	65.6	79.2	0.83	Р	1.79	2,653	2,565	5.9			
#4	0.0841	1.35	0.0132	1.28	6.4	186.2	62.8	2.96	SiO	1.20	1.865	2,011	5.6			
# 5	0.0613	1.59	0.0232	1.38	2.6	36.8	39.4	0.93	SKO	1.21	1,780	2,025	5.6			

【0174】〈アルカリ溶液中の加熱処理〉

実施例1~4及び参考例1、2

[0177]

【表10】

被処理粒子の種類、アルカリ性懸濁液中加熱処理のpH 値、温度及び時間を種々変化させた以外は前記発明の実 施の形態と同様にして針状へマタイト粒子粉末を得た。

【0175】この時の主要製造条件を表9に、得られた 30 針状へマタイト粒子粉末の諸特性を表10に示す。

[0176]

【表9】

実施例	被处理粒子	アルカリ	性懸濁液中加	热処理
及び 参考例	の種類	рНŒ	温度	時間
		(-)	ന	(//)
実施例1	ヘマタイト粒子5	13.T	85	210
n 5	" 6	13.4	96	120
<i>u</i> 3	"7	13.8	90	240
"4	"8	13.1	98	180
参考例1	" 5	8.9	80	180
"2	"5 ·	13.5	40	180

美統例			アル	力リ性恐径	液中加热	処理技、水	党した高	空度針状。	ヘヤタイト	粒子粉末	の付性		
及び	平均	長翰径の 般何福準	平均	短袖径の	軸比	S peer (III	S _{TEM} (II	S _{BET} /	烧档	防止机	可溶性	可溶性	粉体
都书例	長軸係	偏蓋値	短軸係	個差值				STEM	换算	1	Na塩	600007 型	pH值
											(Ne技算)	(第4,03)	
	(µm)	(-)	(µm)	(-)	(-)	(m²/z)	(m²/z)	(-)	元文	(MEN)	(ppm)	(ppm)	(-)
実施例1	0.0731	1.36	0.0114	1.17	6.4	82.1	72.7	1.13	P	0.56	86	12	9.1
n 5	0.0532	1.42	0.0102	1.21	5.2	92.6	82.6	1.12	P	0.93	73	6	9.2
" 9	0.0840	1.36	0.0129	1.26	6.5	72.1	64.2	1.12	SiO2	1.16	125	38	9.3
" 4	0.0583	1.39	0.0108	1.27	5.4	84.8	77.8	1.09	P	0.91	113	21	9.3
专考例1	0.0730	1.37	0.0114	1.16	6.4	82.6	72.7	1.14	P	1.18	438	216	7.8
"2	0.0730	1.37	0.0114	1.16	6.4	81.9	72.7	1.13	P	1.18	365	182	7.7

【0178】比較例6 (特願平9-369364号公 報の追試実験例)

< 高密度針状へマタイト粒子粉末の製造>ゲータイト粒 子粉末5(出発原料粒子粉末)1000gを、ステンレ ス製回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中で34 0℃で30分間熱処理を行って加熱脱水し、低密度針状 ヘマタイト粒子粉末を得た。得られた低密度針状へマタ イト粒子粉末は、平均長軸径が0.0839μm、長軸 径の幾何標準偏差値が1.52、平均短軸径が0.01 20 34μm、短軸径の幾何標準偏差値が1.38、軸比が 6. 3、BET比表面積値が213.6m²/g、S вет / Sтем 値が3. 45、粉体pH値が7. 8、 可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で1651pp m、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で724pp m、ケイ素の含有量はSiO2換算で1.21重量%で あった。

【0179】次に、上記低密度針状へマタイト粒子粉末 850gをセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動さ せながら空気中630℃で20分間熱処理を行い、脱水 30 孔の封孔処理を行った。高密度化された針状へマタイト 粒子粉末は、平均長軸径が0.0830μm、長軸径の 幾何標準偏差値が1.52、平均短軸径が0.0138 μm、短軸径の幾何標準偏差値が1.38、軸比が6. 0、BET比表面積値が69.4m²/g、Sвет/ STEM 値が1. 15、粉体pH値が6. 8、可溶性ナ トリウム塩の含有量がNa換算で2683ppm、可溶 性硫酸塩の含有量がSO、換算で2031ppm、ケイ 素の含有量はSiO2換算で1.22重量%であった。

【0180】得られた高密度針状へマタイト粒子粉末8 40 00gを奈良式粉砕機で粗粉砕した後、純水4.71に 投入し、ホモミキサー(特殊機化工業株式会社製)を用 いて60分間解膠し、スラリーを横型SGM(ディスパ マットSL:エスシー・アディケム株式会社製)で循環 しながら、軸回転数2000rpmのもとで3時間分散 した。得られたスラリー中の高密度針状へマタイト粒子 粉末の325mesh (目開き44μm) における篩残 分は0%であった。

【0181】<髙密度針状へマタイト粒子粉末の酸によ

スラリーに水を添加して該スラリーの濃度を100g/ 1とした後、当該スラリーを71採取した。採取したス ラリーを攪拌しながら、70重量%の硫酸水溶液を加え て硫酸濃度を1.3Nとし、スラリーのpH値を0.5 9に調整した。次に、このスラリーを攪拌しながら加熱 して80℃まで昇温し、その温度で3時間保持して溶解 処理を行って、液中に存在している髙密度針状へマタイ ト粒子粉末全体量の20.2重量%を溶解させた。

【0182】次に、このスラリーを濾過して濾液(硫酸 鉄の酸性水溶液)を分離した後、デカンテーション法に より水洗し、pH値が5.0の水洗スラリーとした。こ の時点でのスラリー濃度を確認したところ79g/1で あった。

【0183】次に、得られた水洗スラリー21をプフナ ーロートを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度 が30μs以下になるまで水洗し、その後、常法によっ て乾燥させた後、粉砕して、高密度針状へマタイト粒子 粉末を得た。得られた高密度針状へマタイト粒子粉末 は、平均長軸径が0.0785μm、長軸径の幾何標準 偏差値が1.46、平均短軸径が0.0128 μm、短 軸径の幾何標準偏差値が1.33、軸比が6.1、BE T比表面積値が74.8m²/g、SBET/STEM 値が1. 15、粉体pH値が4. 6、可溶性ナトリウム 塩の含有量がNa換算で128ppm、可溶性硫酸塩の 含有量がS〇、換算で356ppm、ケイ素の含有量は Si〇2 換算で1. 33 重量%であった。

【0184】<アルカリ性懸濁液中の加熱処理>上記酸 による溶解処理後の紡錘状へマタイト粒子粉末の水洗ス ラリーに水を添加して濃度を50g/1とし、スラリー 51を採取した。このスラリーを攪拌しながら、6Nの NaOH水溶液を加えてスラリーのpH値を13. 6に 調整した。次に、このスラリーを攪拌しながら加熱して 95℃まで昇温し、その温度で3時間保持した。

【0185】次に、このスラリーをデカンテーション法 により水洗し、pH値が10.5のスラリーとした。正 確を期すため、この時点でのスラリー濃度を確認したと ころ98g/1であった。

【0186】次に、得られた水洗スラリー11をプフナ る溶解処理>得られた高密度針状ヘマタイト粒子粉末の 50 ーロートを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度

が 30μ S以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉砕して、目的とする紡錘状へマタイト粒子粉末を得た。

【0187】得られた紡錘状へマタイト粒子粉末は、平均長軸径が0.0785μm、長軸径の幾何標準偏差値が1.46、平均短軸径が0.0128μm、短軸径の幾何標準偏差値が1.33、軸比が6.1、BET比表面積値が73.9m²/g、S_{BET}/S_{TEM}値が1.14、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で108ppm、可溶性硫酸塩の含有量がSO4換算で36 10ppm、粉体pH値が8.9であった。

【0188】 〈表面被覆処理〉

実施例5

実施例1で得られた針状へマタイト粒子粉末700gを 奈良式自由粉砕機で粗粉砕した後、純水71に投入し、 ホモミキサー(特殊機化工業株式会社製)を用いて60 分間邂逅した。次に、得られた針状へマタイト粒子粉末 を含むスラリーを横形サンドグラインダー「ディスパマ ットSL」(エスシー・アディケム株式会社製)を用い て軸回転数2000rpmのもとで6時間混合・分散して、針状へマタイト粒子粉末のスラリーを得た。得られた針状へマタイト粒子粉末の分散スラリーのpH値を、0.1 N酢酸水溶液を用いて4.0 に調製した。次に、酸スラリーに水を加えスラリー濃度を45g/1に調製した。このスラリー101を加熱して60℃とし、このスラリー中に1.0mol/1の酢酸アルミニウム溶液500ml(針状へマタイト粒子粉末に対してA1換算で3.0重量%に相当する)を加え、30分間保持した後、0.1 N水酸化ナトリウム溶液を用いてpH値を7.1 に調製した。この状態で30分間保持した後、濾水洗、乾燥、粉砕して粒子表面がアルミニウムの水酸化物によって被覆されている針状へマタイト粒子粉末を得た。

【0189】この時の主要製造条件を表11に、得られた表面被覆物によって被覆された針状へマタイト粒子粉末の賭特性を表12に示す。

[0190]

【表11】

実施例	被処理粒子	水懸濁液	水懸濁液 アルミニウム化合物、ケイ素化合物による被								
	の種類	濃度	添加前	アルミニウム化合	物、ケイ素化合物	最終					
			pH值	添加物種類	量机器	pH値					
	(g/l)		(-)		AI换算(重重%) SiO ₂ 换算(重量%)	(-)					
実施例5	実施例1	45	4.0	酢酸アルミニウム	3.0	7.1					
<i>n</i> 6	# 2	45	10.0	3号水ガラス	1.0	6.9					
77	#3	45	10.3	アルミン酸ナドバウム	5.0	7.5					
″ 8	#4	45	10.2	アルミン酸ナトリウム 3号水ガラス	2.0 0.5	7.0					

[0191]

【表12】

実施例						表面被覆	処理後の	状へで	タイト粒	子粉末の	特性				
	平均	長軸の般 何潔準傷	平均	短軸の幾 何標準傷	触比	Sper值	S _{TEM} (II	Sper/	烧粒	防止剂	アルミニウ	ケイ葉の酸	可溶性	可溶性	粉体
	長軸怪	姜値	短軸径	姜値				S _{TEM} (III	換算	Î	ムの水酸 化物による 表面被覆 重	化物による 表面被置 量	Na塩	硫酸塩	рНШ
									元素		(AI换算)	(302長算)	(Na投算)	(50,换算)	
	(µm)	(-)	(µm)	(-)	(-)	(m²/g)	(m²/g)	(-)		(金金金)	(重量x)	(在 量x)	(ppm)	(ppm)	(-)
実施例5	0.0731	1.36	0.0114	1.17	6.4	83.1	72.7	1.14	P	0.54	2.93		52	8	9.2
<i>u</i> 6	0.0631	1.42	0.0102	1.20	5.2	92.8	82.7	1.12	P	0.92		0.99	61	16	9.1
<i>u</i> 7	0.0840	1.36	0.0129	1.26	6.5	74.1	64.2	1.15	SiO ₂	1.08	4.72		.78	23	9.1
<i>"</i> 8	0.0582	1.39	0.0108	1.27	5.4	86.0	77.8	1.10	P	0.89	1.95	0.50	96	18	9.3

【0192】 実施例6~8

被処理粒子の種類、被覆工程の添加前pH値、添加物の 40 種類、添加量及び最終pH値を種々変化させた以外は前 記実施例5と同様にして表面被覆物によって被覆された 針状へマタイト粒子粉末を得た。

【0193】この時の主要製造条件を表11に、得られた表面被覆物によって被覆された針状へマタイト粒子粉末の諸特性を表12に示す。

【0194】実施例9~16、比較例7~12及び参考例3、4

実施例1~8、比較例1~6及び参考例1、2で得られ た各非磁性粒子粉末を用いて前記発明の実施の形態と同 50 様にして非磁性下地層を形成した。

【0195】この時の主要製造条件及び得られた非磁性 下地層の諸特性を表13に示す。

[0196]

【表13】

実施例	非磁性	数料の課金		非磁性下地層の特性					
及び	非磁性粒子粉末	粉末/樹脂 粘度		即時	光次度	Ra	ヤング軍		
出级例	の知識	の貧量比							
		(-)	(æ)	(µm)	(%)	(nm)	(相対値)		
英越例9	美題例1	5.0	512	0.35	215	6.0	136		
<i>"</i> 10	# 2	5.0	435	0.35	221	5.6	133		
711	#3	6.0	410	0.35	213	6.2	138		
<i>"</i> 12	"4	5.0	384	0.34	208	6.8	133		
<i>"</i> 13	# 5	5.0	307	0.35	216	6.1	138		
// 14	#6	5.0	328	0.35	228	5.8	135		
<i>"</i> 15	# T	5.0	461	0.34	215	6.3	139		
<i>n</i> 16	# B	5.0	384	0.36	210	6.5	135		
比较例7	比較例1 .	5.0	717	0.35	153	21.6	108		
" 8	# 2	6.0	614	0.36	158	18.9	113		
"9	#3	5.0	563	0.35	168	16.8	119		
# 10	#4	5.0	14,410	0.37	102	32.1	90		
#11	# 5	5.0	307	0.34	173	16.2	81		
<i>"</i> 12	* 6	5,0	384	0.35	192	8.4	124		
参考例3	参考例1	5.0	563	0.35	194	8.5	128		
″4	#2	5.0	589	0.35	191	8.8	128		

【0197】磁性粒子a~d 磁気記録媒体用磁性粒子として磁性粒子a~dを用意した。

【0198】磁性粒子 a~dの賭特性を表14に示す。 【0199】

【表14】

磁性粒子の種類	狭を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の 特性												
		平均	長軸径の 幾何標準 偏差値	釉比	保磁力值	約和 強化値	粉体pH值	存在AI量			存在Nd	樹脂吸着	
		短軸径						中心部	表層部	表面被聲	2	強度	
	(µm)	(µm)	(-)	(-)	(0=)	(cenn\s)	(-)	(重量x)	(重量)	(ELEX)	(重量)	୯୬	
金属磁性粒子(a)	0.110	0.0150	1.36	7.3	1,915	131.6	9.5	2.61	1.36	0.01	0.01	72.5	
金属磁性粒子(b)	0.098	0.0134	1.35	7.3	1,938	130.5	10.1	1.32	2.84	0.01	0.36	80.1	
金属磁性粒子(a)	0.101	0.0144	1,38	7.0	2,065	128.9	10.0	1.38	2.65	0.78	2.78	83.6	
金属磁性粒子(d)	0.125	0.0184	1.35	6.8	1,896	130.8	9.8	0.01	0.01	0.01	0.01	57.6	

【0200】実施例17~28、比較例13~18及び 参考例5、6

非磁性下地層の種類及び磁性粒子の種類を種々変化させ た以外は前記発明の実施の形態と同様にして磁気記録媒 体を得た。 【0201】この時の主要製造条件及び得られた磁気記録媒体の諸特性を表15に示す。

[0202]

【表15】

実施例	磁気	記録媒体の準	磁気記録媒体の特性										
比較例	非磁性	磁性粒子の	粉末/	磁気記録	保磁力	Br/Bm	光沢度	Ra	ヤング	耐久性		耐腐食性	
及び	下地層 の種類	種類	樹脂の 質量比	層の膜厚	値				雞	走行 耐久性	すり(あ 特性	保貸力値 の変化率	Bm値の 変化率
			(-)	(µm)	(Oe)	(-)	(%)	(nm)	(相対値)	(min)		(%)	(%)
実施例17	更能例9	磁性粒子(3)	5.0	1.0	1,963	0.87	219	6.2	136	21.3	В	4.5	4.3
# 18	# 10	# (d)	5.0	1.1	1,958	0.87	218	6.2	136	21.6	В	3.8	3.6
# 19	<i>u</i> 13	# (a)	5.0	1.0	1,968	0.88	223	5.9	138	22.5	Α	4.0	2.8
#20	<i>"</i> 14	w (a)	5.0	1.0	1,960	0.87	225	5.8	137	22.4	A.	4.2	9.8
#21	#9	# (a)	5.0	1.0	1,972	0.88	228	6.1	137	29.6	Α	4.1	1.6
#22	# 10	# (b)	5.0	1.1	1,996	0.88	224	Б.7	135	28.9	A	3.6	0.8
#23	W 11	<u>ي</u> ر	5.0	1.0	2,136	0.89	226	5.7	138	30以上	Α	2.1	0.6
#24	" 12	u (G)	5.0	1.1	2,134	0.89	221	6.2	135	27.1	_ B	1.8	0.9
#25	<i>#</i> 13	и (a)	5.0	1.0	1,986	0.89	233	5.7	139	30以上	A	2.6	2.i
# 26	V 14	# (b)	5.0	1.0	2,001	0.89	235	5.6	136	30以上	A	4.6	1.8
#27	# 15	# (C)	5.0	1.0	2,127	0.90	238	5.5	140	30以上	_ A	1.5	2.L
#28	<i>y</i> 16	" "	5.0	1.1	2,130	0.89	221	6.1	138	30以上	A	3.1	4.2
比較例13	比較例7	%	5.0	1.2	1,956	0.78	163	19.8	118	11.6	۵	38.6	26.8
# 14	1/8	# (a)	5,0	1.2	1,958	0.76	173	14.6	116	12.6	ם	43.0	26.5
# 15	#9	@	5.0	1.1	1,965	0.82	178	13.2	115	14.5	D	28.3	32.5
# 16	" 10	# (d)	5.0	1.1	1,959	0.80	168	15.1	116	11.6	D	31.6	28.2
# 15	"11	(a)	5.0	1.1	1,961	0.78	156	18.6	118	9.6	D	21.3	19.6
#17	_ " 12	// (a)	5.0	1.1	1,964	0.86	198	8,4	131	18.5	В	6,3	5.2
参考例5	包含例3	# (d)	6.0	1.1	1,976	38.0	213	7.4	129	18.6	υ	17.8	18.2
″ 6	// 4	# (d)	5.0	1.0	1,980	0.86	210	7.8	129	19,3	C	16.5	16.8

[0203]

【発明の効果】本発明に係る針状へマタイト粒子粉末は、非磁性下地層用非磁性粒子粉末として用いた場合、表面平滑性に優れた非磁性下地層を得ることができ、該非磁性下地層を用いて磁気記録媒体とした場合、表面平滑性に優れ、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制された磁気記録媒体を得ることができるため、

高密度磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末と して好適である。

【0204】また、本発明に係る磁気記録媒体は、上述した通り、表面平滑性に優れ、且つ、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制されているので高密度磁気記録媒体として好適である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4G002 AA03 AA06 AA12 AB05 AD01

AE03

5D006 BA04 BA08 CA01 FA01

5D112 AA03 AA05 BB02 BB06 BD03

GB03